

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-187760

(43)Date of publication of application : 25.07.1995

(51)Int.Cl.

C04B 35/10
A44C 17/00
C04B 35/64

(21)Application number : 05-348198

(71)Applicant : FUJI DENPA KOGYO KK

(22)Date of filing : 24.12.1993

(72)Inventor : SAJI TASABUROU
MITSUSHIMA KAZUMI
TAKEZAKI KAZUYO**(54) PRODUCTION OF SINTERED ARTIFICIAL JEWEL****(57)Abstract:****PURPOSE:** To provide a production process for sintered artificial jewels which can inexpensively give synthetic jewels of complicated forms.**CONSTITUTION:** Alumina powder and magnesia powder are mixed with one or more of chromium oxide, titanium oxide, iron oxide, yttrium oxide, lanthanum oxide and nickel oxide to prepare a starting powder for synthetic jewels. Then, the powder is formed, and the product is sintered by heating at 1,300 to 1,800° C under reduced pressure of 100 to 0.01Pa by means of microwaves of 2.45 to 200GHz frequency to give alumina synthetic jewels such as ruby, blue sapphire, yellow sapphire or the like.**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-187760

(43)公開日 平成7年(1995)7月25日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/10				
A 4 4 C 17/00				
C 0 4 B 35/64				
			C 0 4 B 35/ 10	Z
			35/ 64	F
			審査請求 未請求 請求項の数2	FD (全 4 頁)

(21)出願番号	特願平5-348198	(71)出願人	000237765 富士電波工業株式会社 大阪府大阪市淀川区新高2丁目4番36号
(22)出願日	平成5年(1993)12月24日	(72)発明者	佐治 他三郎 滋賀県甲賀郡甲西町大池町8番地 富士電 波工業株式会社滋賀工場内
		(72)発明者	満嶋 和美 滋賀県甲賀郡甲西町大池町8番地 富士電 波工業株式会社滋賀工場内
		(72)発明者	竹崎 かずよ 滋賀県甲賀郡甲西町大池町8番地 富士電 波工業株式会社滋賀工場内
		(74)代理人	弁理士 林 清明 (外1名)

(54)【発明の名称】 人工宝石焼結体の製造方法

(57)【要約】

【目的】 複雑な形状の合成宝石を低廉に製造することが可能な人工宝石焼結体の製造方法を提供すること。

【構成】 アルミナ粉末とマグネシア粉末に、酸化クロム、酸化チタン、酸化鉄、酸化イットリウム、酸化ランタン又は酸化ニッケルのうちのいずれか又は複数を添加した合成宝石の原料粉末を成形した後、成形物を、雰囲気圧を100～0.01Paに減圧した状態で、周波数が2.45～200GHzのマイクロ波により、摂氏1300～1800度に加熱して焼結し、人工のルビー、ブルーサファイア、イエローサファイア等のアルミナ系合成宝石を得る。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 合成宝石の原料粉末を成形した後、成形物を、雰囲気圧を 100～0.01Pa に減圧した状態で、周波数が 2.45～200GHz のマイクロ波により、摂氏 1300～1800 度に加熱して焼結し、人工のルビー、ブルーサファイア、イエローサファイア等のアルミナ系合成宝石を得ることを特徴とする人工宝石焼結体の製造方法。

【請求項 2】 アルミナ粉末とマグネシア粉末に、酸化クロム、酸化チタン、酸化鉄、酸化イットリウム、酸化ランタン又は酸化ニッケルのうちのいずれか又は複数を添加した合成宝石の原料粉末を用いることを特徴とする請求項 1 記載の人工宝石焼結体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、マイクロ波を利用した人工宝石焼結体の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 一般に人工宝石と呼ばれるものとして、合成宝石と模造宝石とがある。このうち、合成宝石は、天然に産出する宝石と全く同じ化学成分を有するものを人工的に合成して製造するものであり、天然に産出する宝石とは全く異なる化学成分を有し、外観だけを宝石に似せて作った模造宝石と区別されている。

【0003】 ところで、近年、合成宝石の製造技術の進歩に伴い、天然に産出する宝石と全く同じ化学成分を有する合成宝石が次々と人工的に合成され、ひすいとキャッツアイを除くほとんどの宝石について、現在既に合成宝石が商品化されている。

【0004】 そして、合成宝石の製造方法としては、以下 a)～d) の方法が確立されている。

a) 酸水素炎中に合成宝石の原料粉末を落下させながら結晶粒を成長させる火炎溶融法

b) 合成宝石の原料粉末をろつぽで熔融し、融液から結晶を引き上げるチョコラルスキー法

c) 合成宝石の原料粉末をろつぽで熔融し、融液をろつぽの中で温度勾配を付けながら凝固させるブリッジマン法

d) 合成宝石の原料粉末を成形した後、水素ガス雰囲気中で摂氏 1900～2000 度で長時間加熱して焼結する方法

【0005】 ところで、上記 a)～c) の合成宝石の原料粉末を熔融する方法は、棒状又は板状のように断面形状が単純かつ一定のものでないと製造することができない。したがって、例えば、ワイングラスのような断面形状が複雑に変化するものを製造しようとする場合には、まず棒状の素材を製造してから削り出す必要があり、素材が硬いものであることと相まって、膨大なコストがかかるという問題点を有していた。

【0006】 他方、上記 d) の合成宝石の原料粉末を成形後焼結する方法は、成形可能な形状であれば断面形状が

複雑に変化するものでも製造することができるが、水素ガス雰囲気中で摂氏 1900～2000 度で長時間、例えば 100 時間以上、加熱しなければならず、膨大なエネルギーを必要とする。このように、摂氏 1900～2000 度という高温で加熱しなければならないのは、アルミナ系合成宝石の場合、高い透光率を要求されるからであり、このためにはアルミナ系焼結体の密度を理論密度まで高めなくてはならず、摂氏 2000 度近くまで加熱しないと理論密度に到達するような焼結駆動力が充分働かないからである。また、アルミナは真空中で摂氏 2000 度近くに加熱すると激しく蒸発する。そこで、従来は、気体、例えば、水素ガスを焼結用チャンバー内に入れて、雰囲気圧をかけることによってアルミナの蒸発を抑えていたが、この気体が焼結の過程で閉気孔内に閉じ込められ緻密化を妨げることになる。長時間加熱しなければならないのは、この閉気孔内に閉じ込められた気体が表面まで拡散するのを待たためであり、また、一般的に水素ガスが使用されるのは、アルミナ系焼結体内での拡散速度が速いからである。加えて、高温の水素ガス雰囲気に耐える耐火物は非常に高価であること、さらに 1 回の処理工程が長時間に及ぶことから耐火物の消耗が激しいことから、焼結に高いコストがかかるという問題点を有していた。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は上記従来の合成宝石の製造方法の有する問題点に鑑み、複雑な形状の合成宝石を低廉に製造することが可能な人工宝石焼結体の製造方法を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するため、本発明の人工宝石焼結体の製造方法は、合成宝石の原料粉末を成形した後、成形物を、雰囲気圧を 100～0.01Pa に減圧した状態で、周波数が 2.45～200GHz のマイクロ波により、摂氏 1300～1800 度に加熱して焼結し、人工のルビー、ブルーサファイア、イエローサファイア等のアルミナ系合成宝石を得ることを要旨とする。

【0009】 この場合、合成宝石の原料粉末としては、アルミナ粉末とマグネシア粉末に、酸化クロム、酸化チタン、酸化鉄、酸化イットリウム、酸化ランタン又は酸化ニッケルのうちのいずれか又は複数を添加したものをを用いることができる。

【0010】 本発明の人工宝石焼結体の製造方法における雰囲気圧等の数値は、以下の理由によって定められる。

【0011】 (雰囲気圧について) アルミナ系合成宝石の原料をマイクロ波で加熱する場合、摂氏 1750 度以下の温度でも充分な焼結駆動力が得られることが分かった。摂氏 1750 度以下であれば、アルミナは真空中であつてもほとんど蒸発しない。当然気圧が低くなればな

るほどアルミナの蒸発速度が速くなるのであるが、雰囲気圧が0.01Pa以上あれば蒸発による問題はない。一方、雰囲気圧が100Pa以上になると閉気孔内に閉じ込められたガスの影響が無視できなくなり、焼結時に高い加熱温度と長い加熱時間を要するようになる。したがって、焼結時の雰囲気圧は、100~0.01Paに制御する必要があることが分かった。

【0012】（マイクロ波の周波数について）アルミナ系合成宝石の原料をマイクロ波で加熱する場合、マイクロ波の周波数が低ければ、誘電損失が低く、工業用に割り当てられている2.45GHzが限界であって、これ以下では加熱効率が低く実用的でない。一方、200GHz以上になると、マイクロ波の浸透深さが浅くなり、ある程度の肉厚を有する成形物を均一に加熱できなくなる。したがって、マイクロ波の周波数は、2.45~200GHzにする必要があることが分かった。

【0013】（加熱温度について）アルミナ系合成宝石の原料をマイクロ波で加熱することによって、焼結時の加熱温度を従来より低い温度に設定することができる。この場合、摂氏1400度に加熱すれば緻密化して透光性を有するようになるが、透光度が低く、商品価値の低いものとなる。摂氏1300度以下では、透光性のある焼結体が得られなかった。一方、加熱温度を高めることによって、緻密化が促進され、透光性が向上するが、摂氏1750度まで加熱すれば充分緻密化し、充分な透光性のあるアルミナ系焼結体が得られることから、これ以上高い温度に加熱する必要はなく、また、摂氏1800度以上に加熱するとアルミナの蒸発による影響が無視できなくなる。したがって、加熱温度は、摂氏1300~1800度、さらに好ましくは、摂氏1400~1750度

【0014】

【作用】本発明は、合成宝石の原料粉末を成形した後焼結する方法であることから、成形可能な形状であれば断面形状が複雑に変化するものでも製造することができ、また、成形物を雰囲気圧を100~0.01Paに減圧した状態でマイクロ波により加熱することにより、加熱温度を摂氏1300~1800度という従来より低い温度で、かつ短い加熱時間で焼結を行うことができる。

【0015】

【実施例】以下本発明を実施例に基づいて説明する。この人工宝石焼結体の製造方法は、天然に産出する宝石と全く同じ化学成分を有するものを人工的に合成して製造方法に関するものであり、合成宝石の原料粉末として、アルミナ粉末に微量のマグネシア粉末と、微量の酸化クロム、酸化チタン、酸化鉄、酸化イットリウム、酸化ランタン、酸化ニッケル等の金属酸化物のうちのいずれか又は複数を添加したもの、すなわち、天然に産出する宝石と全く同じ化学成分からなる原料粉末を用いる。

【0016】この合成宝石の原料粉末を、従来公知の粉

末の成形方法、例えば、原料粉末をスラリー状に形成した後、鑄込み成形用の石膏型に鑄込んで、所要の形状に成形し、乾燥し、脱バインダー処理をする。なお、成形方法としては、上記の鑄込み成形方法のほか、プレス成形方法、射出成形方法、押出成形方法の各方法を採用することができ、このうち特に、射出成形方法は、小物装飾品を効率的に成形するのに適している。また、脱バインダー処理は、例えば、昇温速度2℃/minで、室温から900℃まで加熱し、60分間保持し、降温速度2℃/min以下で室温まで冷却することにより行う。

【0017】その後、所要の形状に成形した成形物を真空チャンバー内に装入して、雰囲気圧を100~0.01Paに減圧した状態で、周波数が2.45~200GHzのマイクロ波により、摂氏1300~1800度、さらに好ましくは、摂氏1400~1750度に数10分~数時間程度加熱することによって焼結して、人工のルビー、ブルーサファイア、イエローサファイア等のアルミナ系合成宝石を得るものであり、その具体的な例を、実施例1~3として示す。

【0018】（実施例1）高純度のアルミナ粉末にマグネシア粉末を0.05%、酸化クロムを0.5%添加して鑄込み成形用スラリーを作り、石膏型に鑄込んで、外径9.0mm、内径7.5mm、高さ100mmのコップの形状に形成し、乾燥し、脱バインダー処理をした後、真空チャンバー内に装入して、雰囲気圧を50Paに減圧した状態で、周波数が28GHzのマイクロ波により、摂氏1700度に30分間加熱して、外径7.1mmの人工のルビーのコップを得た。この人工のルビーのコップの色調は赤色で、光透過率は、肉厚を2mmにしたとき85%であった。

【0019】（実施例2）高純度のアルミナ粉末にマグネシア粉末を0.1%、酸化クロムを0.2%添加して鑄込み成形用スラリーを作り、石膏型に鑄込んで、外径60mmの杯の形状に形成し、乾燥し、脱バインダー処理をした後、真空チャンバー内に装入して、雰囲気圧を5Paに減圧した状態で、周波数が28GHzのマイクロ波により、摂氏1700度に60分間加熱して、外径47mmの人工のルビーの杯を得た。この人工のルビーの杯の色調は実施例1のコップの色調より薄い赤色で、光透過率は、肉厚を2mmにしたとき91%であった。

【0020】（実施例3）高純度のアルミナ粉末にマグネシア粉末を0.07%、酸化チタンを0.1%、酸化鉄を0.8%添加して鑄込み成形用スラリーを作り、石膏型に鑄込んで、外径40mm、高さ100mmのウィングラスの形状に形成し、乾燥し、脱バインダー処理をした後、真空チャンバー内に装入して、雰囲気圧を0.05Paに減圧した状態で、周波数が28GHzのマイクロ波により、摂氏1650度に30分間加熱して、人工のブルーサファイアのウィングラスを得た。この人工のブルーサファイアのウィングラスの色調は濃い青色

で、光透過率は、肉厚を 2 mm にしたとき 88% であった。

【0021】

【発明の効果】本発明の人工宝石焼結体の製造方法によれば、成形可能な形状であれば断面形状が複雑に変化するものでも製造することができるとともに、成形物を雰囲気圧を 100 ~ 0.01 Pa に減圧した状態でマイク*

* ロ波により加熱することにより、加熱温度を摂氏 1300 ~ 1800 度という従来より低い温度で、かつ短い加熱時間で焼結を行うことができる。これにより、焼結に要するエネルギー及び製造設備のコストをより低減することができ、複雑な形状の合成宝石をきわめて低廉に製造することができる。